

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 01-272827

(43)Date of publication of application : 31.10.1989

(51)Int.Cl.

D01F 9/14

C01B 31/04

D01F 9/12

(21)Application number : 63-096799

(71)Applicant : NIKKISO CO LTD

(22)Date of filing : 21.04.1988

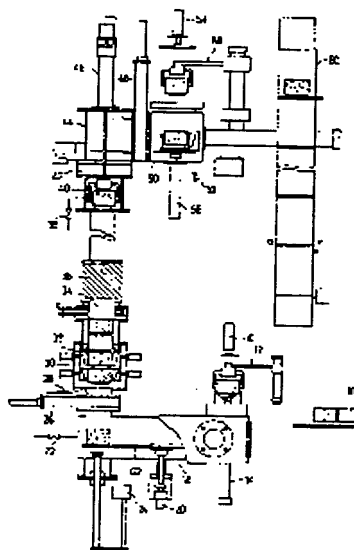
(72)Inventor : ARAKAWA KOHEI

(54) METHOD FOR CARRYING OUT CONTINUOUS GRAPHITIZATION TREATMENT AND APPARATUS THEREFOR

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a graphite whisker, by continuously and intermittently passing a carbonaceous fiber packed in a heat resistant vessel into a high- temperature area and subjecting a vapor growth carbon fiber having substantially powdery form to graphitization treatment.

CONSTITUTION: A vapor growth carbon fiber is packed into a container 10 made of graphite and carried into an inert gas-replacing front chamber and degassed through a gas valve 22 and an inert gas is charged therein. The container 10 carried into a chamber 30 for work fixing is supported with a supporter 32 for fixing and successively transferred into a chamber 34 for graphitization treatment, passed into an effective heating area 36 and transferred through a carrying chamber 40 and preliminary chamber 44 into an inert gas- replacing rear chamber 50. The chamber 50 is degassed through a gas valve 52 and an inert gas is charged therein to replace the vapor in the chamber by the inert gas and the container 10 is carried into a conveyor and a graphite whisker being contents of the container is taken out.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

2744617

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

RECEIVED
SEP - 6 2001
TC 1700

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 特 許 公 報 (B 2)

(11) 特許番号

第2744617号

(45) 発行日 平成10年(1998) 4月28日

(24) 登録日 平成10年(1998) 2月6日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

D 0 1 F 9/127

D 0 1 F 9/127

C 0 1 B 31/04

1 0 1

C 0 1 B 31/04

1 0 1 Z

D 0 1 F 9/133

D 0 1 F 9/133

請求項の数3 (全 6 頁)

(21) 出願番号 特願昭63-96799

(22) 出願日 昭和63年(1988) 4月21日

(65) 公開番号 特開平1-272827

(43) 公開日 平成1年(1989)10月31日

審査請求日 平成6年(1994) 5月9日

審判番号 平9-2569

審判請求日 平成9年(1997) 2月25日

(73) 特許権者 999999999

日機装 株式会社

東京都渋谷区恵比寿3丁目43番2号

(72) 発明者 荒川 公平

東京都渋谷区恵比寿3丁目43番2号 日

機装株式会社内

(74) 代理人 弁理士 浜田 治雄

合議体

審判長 小原 英一

審判官 船越 巧子

審判官 河合 厚夫

(56) 参考文献 特開 昭62-158108 (J P, A)

特開 昭54-16954 (J P, A)

実開 昭62-162270 (J P, U)

特公 昭51-20359 (J P, B 2)

特公 昭52-11437 (J P, B 2)

(54) 【発明の名称】 気相成長炭素繊維の連続黒鉛化処理方法および装置

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】 耐熱性の複数の中空柱状黒鉛製容器に、実質的に粉体の形状の気相成長炭素繊維を充填し、これら気相成長炭素繊維を充填した前記複数の黒鉛製容器を、順次不活性ガス雰囲気下に中央部付近を所要の高温帯域からなる黒鉛化処理温度に維持した黒鉛化処理室に数分間滞留させながら垂直方向に通過させることを特徴とする気相成長炭素繊維の連続黒鉛化処理方法。

【請求項2】 実質的に粉体の形状の気相成長炭素繊維を連続的に黒鉛化処理して黒鉛ウィスカーを製造するに際し、

中空柱状黒鉛製容器に気相成長炭素繊維を充填し、不活性ガス置換前室に気相成長炭素繊維を充填した中空柱状黒鉛製容器を搬入し、空気を除去して不活性ガス置換前室を実質的に真空にし

た後に不活性ガスを導入して気相を不活性ガスに置換し、

気相成長炭素繊維を充填した複数の中空柱状黒鉛製容器が内部を滑動し得るパイプ状の形状であって不活性ガス雰囲気下で黒鉛化処理を行い得る温度に加熱維持した黒鉛化処理室入口から気相成長炭素繊維を充填した中空柱状黒鉛製容器を所定時間間隔で断続的に次々と垂直方向に搬入して黒鉛化処理を行い気相成長炭素繊維を黒鉛ウィスカーに変換し、

黒鉛化処理室入口への搬入に調時して黒鉛化処理室出口から搬出される黒鉛ウィスカーが充填された中空柱状黒鉛製容器を不活性ガス雰囲気下の不活性ガス置換後室に搬入し、

空気を除去して内部を真空にした後に不活性ガスを導入し得る不活性ガス置換後室から黒鉛ウィスカーが充填さ

れた中空柱状黒鉛製容器を搬出し、その後に前記容器から黒鉛ウィスカーを取出すことを特徴とする気相成長炭素繊維の連続黒鉛化処理方法。

【請求項 3】 実質的に粉体の形状の気相成長炭素繊維を連続的に黒鉛化処理して黒鉛ウィスカーを製造する装置であって、

気相成長炭素繊維を充填する複数の中空柱状黒鉛製容器からなる充填手段と、

気相成長炭素繊維を充填した中空柱状黒鉛製容器を不活性ガス置換を行う不活性ガス置換前室に搬入する搬入手段と、

不活性ガス雰囲気下の黒鉛化処理室入口にあって空気を除去して内部を真空にし得る真空手段と、不活性ガスを導入し得る不活性ガス導入手段とを備え、中空柱状黒鉛製容器を収納する不活性ガス置換前室からなる不活性ガス置換手段と、

不活性ガス置換前室から黒鉛化処理室に気相成長炭素繊維を充填した中空柱状黒鉛製容器を所定の時間間隔で断続的に次々と垂直方向に搬入する搬入手段と、

気相成長炭素繊維を充填した中空柱状黒鉛製容器が内部を滑動し得るパイプ状の形状の黒鉛化処理室と、黒鉛化処理室を加熱する加熱手段と、黒鉛化処理室を不活性ガス雰囲気下に維持する維持手段とからなり、気相成長炭素繊維を黒鉛ウィスカーに変換する黒鉛化処理手段と、黒鉛化処理室入口への搬入に調時して黒鉛化処理室出口から搬出される黒鉛ウィスカーが充填された中空柱状黒鉛製容器を不活性ガス置換を行う不活性ガス置換後室に搬送する搬送手段と、

不活性ガス雰囲気下の黒鉛化処理室出口にあって空気を除去して内部を真空にし得る真空手段と、不活性ガスを導入し得る不活性ガス導入手段とを備え、中空柱状黒鉛製容器を収納する不活性ガス置換後室からなる不活性ガス置換手段と、

不活性ガス置換後室から黒鉛ウィスカーが充填された中空柱状黒鉛製容器を搬出する搬出手段とからなることを特徴とする気相成長炭素繊維の連続黒鉛化処理装置。

【発明の詳細な説明】

【産業上の利用分野】

本発明は、炭素繊維の黒鉛化処理に関し、さらに詳しくは、実質的に粉体の形状の気相成長炭素繊維を連続的に黒鉛化処理して黒鉛ウィスカーを製造する方法および装置に関する。

【従来の技術】

炭素繊維はほとんど炭素元素から構成されている繊維状材料の一種であり、高圧不活性ガスの下で炭素アーク中に単結晶を成長させるか炭化水素ガスの熱分解によって気相から単結晶を成長させるか、有機繊維を炭素化するかによって製造される。有機繊維の炭素化による方法が最も広く用いられ、出発原料としては、セルロース繊維、レーヨン繊維、アクリロニトリル系繊維等が用いら

れる。これらを空気および水分の非存在下に約800℃前後の温度に加熱すると炭素繊維が形成され、これをさらに約3000℃に加熱すると黒鉛繊維が形成される。炭素繊維および黒鉛繊維は極めて高い強度および剛性を有し、例えば複合材料 (composite) を作成する際のプラスチック樹脂強化剤として使用される。

炭素繊維における構成炭素原子は、グラファイト型の六方晶系六角板状扁平結晶として存在し、六炭素環が連なって層状構造を構成している。炭素繊維をさらに加熱して黒鉛繊維とすると、この基本的な層状構造は変わらないが、層と層との間の距離すなわち面間隔が小さくなり、より緻密な構造となる。例えば、気相成長炭素繊維 (Vapor Growth Carbon Fiber, VGCF) の面間隔は、3.48 Å であるが、これを黒鉛化処理すると、その面間隔は 3.354 Å となる。

一般に、面間隔が 3.36 Å 以下となれば実質的に黒鉛と考えることができるが、この面間隔に反映される黒鉛化の程度は、一定時間以上黒鉛化処理を行えば処理温度にのみ相関する。すなわち、黒鉛化の程度を処理時間の関数として考えると、黒鉛化の程度は処理開始から時間と共に増加するが一定の時間が経過すると飽和値に達し、以後時間が経過しても黒鉛化の程度は変化せず、この時の飽和値は処理温度のみによって規定される。処理温度を上昇させるにつれて飽和値に達した際の面間隔は減少し、例えば、2000℃、2500℃、3000℃でそれぞれ 3.42 Å、3.37 Å、3.36 Å となる。飽和値に達するまでの所要時間は通常は数分であるため、所望の黒鉛化の程度の黒鉛化繊維を得るためには、炭素繊維を所定温度に数分間維持すれば充分である。

従来のバッチ式黒鉛化処理では、3000℃前後の処理温度に達するまで、操作開始から約 3 時間を要し、実質的に必要な温度で数分間処理を行った後に、再び約 6 時間をかけて常温に戻して黒鉛化を行っていたために、昇温工程と降温工程に多大の時間を要し極めて効率が悪かった。このような欠点を解消するために繊維状の炭素繊維を連続黒鉛化処理する方法および装置が種々工夫されている。繊維状の材料は連続的に長い一本の線状構造であるため処理の連続化を図ることは比較的容易である。しかしながら、例えば長さ 2~2000 μm 程度の炭素繊維ウィスカー、あるいは VGCF のような実質的に粉体の形状の材料の連続黒鉛化処理を繊維状の材料の連続黒鉛化処理と同じ思想で行うことはできない。

黒鉛ウィスカーは、黒鉛ウィスカー強化プラスチック複合材料の製造等に使用し得る極めて高い強度および剛性を有する素材であり、これを気相成長炭素繊維から効率よく製造する方法および装置の実現が望まれている。

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、実質的に粉体の形状の気相成長炭素繊維を連続的に効率よく黒鉛化処理して黒鉛ウィスカーを製造する方法および装置を提供することを目的とする。

〔課題を解決するための手段〕

本発明によれば、耐熱性の複数の中空柱状黒鉛製容器に、実質的に粉体の形状の気相成長炭素繊維を充填し、これら気相成長炭素繊維を充填した前記複数の黒鉛製容器を、順次不活性ガス雰囲気下に中央部付近を所望の高温帯域からなる黒鉛化処理温度に維持した黒鉛化処理室に数分間滞留させながら垂直方向に通過させることを特徴とする気相成長炭素繊維の連続黒鉛化処理方法が提供される。この黒鉛製容器には、気体が外部と流通できる小孔を設けて、ガス置換できるようにする。

また、本発明によれば、実質的に粉体の形状の気相成長炭素繊維を連続的に黒鉛化処理して黒鉛ウィスカーを製造するに際し、

中空柱状黒鉛製容器に気相成長炭素繊維を充填し、

不活性ガス置換前室に気相成長炭素繊維を充填した中空柱状黒鉛製容器を搬入し、

空気を除去して不活性ガス置換前室を実質的に真空にした後に不活性ガスを導入して気相を不活性ガスに置換し、

気相成長炭素繊維を充填した複数の中空柱状黒鉛製容器が内部を滑動し得るパイプ状の形状であって不活性ガス雰囲気下で黒鉛化処理を行い得る温度に加熱維持した黒鉛化処理室入口から気相成長炭素繊維を充填した中空柱状黒鉛製容器を所定時間間隔で断続的に次々と垂直方向に搬入して黒鉛化処理を行い気相成長炭素繊維を黒鉛ウィスカーに変換し、

黒鉛化処理室入口への搬入に調時して黒鉛化処理室出口から搬出される黒鉛ウィスカーが充填された中空柱状黒鉛製容器を不活性ガス雰囲気下の不活性ガス置換後室に搬入し、

空気を除去して内部を真空にした後に不活性ガスを導入し得る不活性ガス置換後室から黒鉛ウィスカーが充填された中空柱状黒鉛製容器を搬出し、その後に前記容器から黒鉛ウィスカーを取出すことを特徴とする気相成長炭素繊維の連続黒鉛化処理方法が提供される。

さらに、本発明によれば、実質的に粉体の形状の気相成長炭素繊維を連続的に黒鉛化処理して黒鉛ウィスカーを製造する装置であって、

気相成長炭素繊維を充填する複数の中空柱状黒鉛製容器からなる充填手段と、

気相成長炭素繊維を充填した中空柱状黒鉛製容器を不活性ガス置換を行う不活性ガス置換前室に搬入する搬入手段と、

不活性ガス雰囲気下の黒鉛化処理室入口であって空気を除去して内部を真空にし得る真空手段と、不活性ガスを導入し得る不活性ガス導入手段とを備え、中空柱状黒鉛製容器を収納する不活性ガス置換前室からなる不活性ガス置換手段と、

不活性ガス置換前室から黒鉛化処理室に気相成長炭素繊維を充填した中空柱状黒鉛製容器を所定の時間間隔で

断続的に次々と垂直方向に搬入する搬入手段と、

気相成長炭素繊維を充填した中空柱状黒鉛製容器が内部を滑動し得るパイプ状の形状の黒鉛化処理室と、黒鉛化処理室を加熱する加熱手段と、黒鉛化処理室を不活性ガス雰囲気下に維持する維持手段とからなり、気相成長炭素繊維を黒鉛ウィスカーに変換する黒鉛化処理手段と、

黒鉛化処理室入口への搬入に調時して黒鉛化処理室出口から搬出される黒鉛ウィスカーが充填された中空柱状黒鉛製容器を不活性ガス置換を行う不活性ガス置換後室に搬送する搬送手段と、

不活性ガス雰囲気下の黒鉛化処理室出口にあって空気を除去して内部を真空にし得る真空手段と、不活性ガスを導入し得る不活性ガス導入手段とを備え、中空柱状黒鉛製容器を収納する不活性ガス置換後室からなる不活性ガス置換手段と、

不活性ガス置換室から黒鉛ウィスカーが充填された中空柱状黒鉛製容器を搬出する搬出手段からなることを特徴とする気相成長炭素繊維の連続黒鉛化処理装置が提供される。

〔作用〕

本発明の連続黒鉛化処理では炭素繊維を黒鉛化して黒鉛繊維に変える処理を行う黒鉛化処理室は、適当な加熱手段により加熱され所定温度に維持されるが、黒鉛化処理室内の温度分布は処理室中央付近で最も高く、処理室入口部および出口部に近づくに従い中央部付近の最高温度から次第に低下する。前記したように、所望の黒鉛化の程度を得るには、黒鉛化の程度に相関して一義的に定まる必要な処理温度で数分間炭素繊維を維持すれば充分であるため、黒鉛化処理室の中央部付近を必要な処理温度に維持しておき、この部分に気相成長炭素繊維を数分間滞留させれば所望の黒鉛化程度の黒鉛ウィスカーを得ることができる。中空柱状黒鉛製容器に気相成長炭素繊維を充填し、この中空柱状黒鉛製容器が内部を滑動し得るパイプ状の形状の黒鉛化処理室に気相成長炭素繊維を充填した中空柱状黒鉛製容器を所定時間間隔で次々と搬入するに際し、搬入の時間間隔を気相成長炭素繊維を充填した中空柱状黒鉛製容器が所望の黒鉛化の程度を得るのに必要な処理温度に維持された黒鉛化処理室中央部付近に少なくとも数分間滞留するよう設定すれば、実質的に有効な処理室中央部付近の温度帯域を効率的に利用しつつ気相成長炭素繊維の連続黒鉛化処理を行うことができる。

〔実施例〕

以下に添付図面を参照して本発明をさらに詳細に説明するが、本発明は以下の実施例にのみ限定されるものではない。

第1図に本発明により構成した連続黒鉛化処理装置の垂直方向要部断面図を示す。第1図において、10は気相成長炭素繊維を充填して黒鉛ウィスカーを得るための充

填手段としての、例えば中空円柱形等からなる中空柱状黒鉛製容器、12は搬入アーム、14は搬入シリンダ、16は弁用シリンダ、18は不活性ガス置換前室、20はステッピングモータ、22はガスバルブ、24はリニヤモータ、26はゲートバルブ、28はガスバルブ、30はワーク固定用チャンバ、32は固定用支持体、34は黒鉛化処理室、36は有効加熱帯域、38はガスバルブ、40は搬送チャンバ、42はゲートバルブ、44は予備チャンバ、46はクランプ用シリンダ、48はゲートバルブ、50は不活性ガス置換後室、52はガスバルブ、54は弁用シリンダ、56は搬出シリンダ、58は搬出アーム、60はコンベヤである。

気相成長炭素繊維を充填した中空柱状黒鉛製容器10を回転式搬入アーム12で掴み不活性ガス置換前室18の搬入用開口部付近まで移動させ搬入シリンダ14により駆動する垂直移動式搬入手段で不活性ガス置換前室18内に搬入し、弁用シリンダ16で封止弁を移動させ不活性ガス置換前室18の搬入用開口部を封止する。

なお、第1図は、不活性ガス置換前室18の右上部の入口の封止弁が弁用シリンダ16により開かれ、搬入アーム12により掴まれた容器10が、搬入シリンダ14から上昇してきたロッドに搭載されたところを示している。

不活性ガス置換前室18内に備える黒鉛製容器支持移動手段として、例えばステッピングモータ20により回転する回転盤62を設け、回転盤上に複数の黒鉛製容器を支持し所定角度ずつ回転させることにより移動させれば好適である。不活性ガス置換手段としての不活性ガス置換前室18は、ゲートバルブ26を閉じた状態でガスバルブ22を介して真空手段により脱気し、真空にした後に例えば窒素のような不活性ガスを不活性ガス導入手段により導入して、気相を不活性ガスと置換する。

所定の位置まで移動させた黒鉛製容器は、リニヤモータ24により駆動される垂直方向に移動する搬入手段を用いゲートバルブ26の開閉に調時して所定時間間隔でワーク固定用チャンバ30に搬送する。ワーク固定用チャンバ30に設けた固定用支持体32で、黒鉛製容器を支持し、黒鉛化処理手段としての黒鉛化処理室34に炭素繊維を充填した容器が順次移送されるのを確実にする。両側の固定用支持体32はそれぞれ水平より上には揺動可能になっていて、容器10が上昇してくる時にはそれを容易に通過させるが、水平より下には動かないようになっているため、リニヤモータ24により容器を持上げてきたロッドが下降すると、容器の重力により、水平になって両側から容器を把持する。黒鉛化処理室34は、中空柱状黒鉛製容器10が内部を滑動し得るパイプ状の形状を有し、例えば、高周波コイルからなる加熱手段により加熱することにより、その中央部付近に所望の黒鉛化の程度になるよう温度設定された有効加熱帯域36を形成すると共に、黒鉛化処理室34を不活性ガス雰囲気下に所要の維持手段により維持するように構成する。黒鉛製容器の搬入の時間間隔を調節して有効加熱帯域における容器の滞留時間を

設定温度で黒鉛化を行うのに十分な時間とするが、この時間は通常は約5分前後である。黒鉛製容器は、黒鉛化処理室34入口への搬入に調時して、順送りに黒鉛化処理室34出口から搬出された搬送チャンバ40まで移動する。なお、ワーク固定用チャンバ30、黒鉛化処理室34並びに搬送チャンバ40はガスバルブ28および38を介して不活性ガス雰囲気下に維持する。

黒鉛化処理による黒鉛繊維を充填した容器はクランプ用シリンダ46により駆動する垂直に移動する搬送手段によってゲートバルブ42を通過して予備チャンバ44に至り、続いて不活性ガス置換後室50に移送される。不活性ガス置換手段としての不活性ガス置換後室50は、ゲートバルブ48を閉じ、弁用シリンダ54で弁を移動させて不活性ガス置換後室50の出口部を開放し、搬出シリンダ56により駆動する垂直方向移動手段で黒鉛製容器を所定位置まで移動させ、回転式搬出アーム58で掴みコンベヤ60まで移動させる。弁用シリンダ54により弁を移動させて搬出用出口部を封止した状態でガスバルブ52を介して真空手段により脱気し、真空にした後に不活性ガスを不活性ガス導入手段により導入して、気相を不活性ガスと置換する。このようにして、不活性ガス置換後室50は、容器を該後室50から取り出した後に空となった前記後室50が不活性ガスで置換されて、次の容器を受け入れる時に、この後室50から有効加熱帯域36や黒鉛化処理室34等の炉側へ空気が入り込むことを防止することができる。

このようにして、不活性ガス置換後室50から取り出され、コンベヤ搬出手段60により運ばれる黒鉛製容器10から、内容物を取り出せば所定の面間隔の気相成長炭素繊維が得られる。

【実施例1】

1050℃で製造し、(002)面の面間隔が3.48Åの気相成長炭素繊維を、上記の装置で熱処理した。有効加熱帯域36は2000℃に、全工程において容器の送込みもしくは移送間隔を20分に設定した。有効加熱帯域の均熱部分の容量は容器1個分であったので、2000℃での熱処理時間は約20分となる。各容器には気相成長炭素繊維30gを充填した。不活性ガスとしてはアルゴンガスを使用した。処理は有効加熱帯域が2000℃に達してから開始した。上記間隔および充填量から計算した時間当たり処理量は90g/Hとなる。

処理済の気相成長炭素繊維の面間隔 d_{002} をX線回析から求めたら3.42Åであった。すなわち、熱処理時間は充分であったことが判った。

【実施例2】

実施例1において、有効加熱帯域温度を2500℃、容器の送込み・移送間隔を25分とした以外は、実施例1と全く同様にした。即ち、熱処理時間（有効加熱帯域滞在時間）は25分、時間当たり処理量は72g/Hと計算される。得られた繊維の面間隔は3.37Åであった。処理温度から見て、この面間隔は処理時間が充分であったことが判

た。

〔実施例 3〕

実施例 1 において、有効加熱帯域温度を 3000℃、容器の送込み・移送間隔を 30 分とした以外は、実施例 1 と全く同様にした。即ち、熱処理時間は 30 分、時間当たり処理量は 60g/H と計算される。得られた繊維の面間隔は 3.36 Å であった。処理温度から見て、処理時間が充分であったことが判った。

〔実施例 4〕

実施例 1 において、有効加熱帯域温度を 2200℃とした以外は、実施例 1 と全く同様にした。即ち、熱処理時間は 20 分、時間当たり処理量は 90g/H と計算される。得られた繊維の面間隔は 3.39 Å であった。処理温度から見て、処理時間が充分であったことが判った。

〔実施例 5〕

実施例 1 において、有効加熱帯域温度を 2800℃、容器の送込み・移送間隔を 30 分とした以外は、実施例 1 と全く同様にした。即ち、熱処理時間は 30 分、時間当たり処理量は 60g/H と計算される。得られた繊維の面間隔は 3.36 Å であった。処理温度から見て、処理時間が充分であったことが判った。

〔実施例 6〕

実施例 1 において、有効加熱帯域温度を 1800℃、容器の送込み・移送間隔を 15 分とした以外は、実施例 1 と全く同様にした。即ち、熱処理時間は 15 分、時間当たり処理量は 120g/H と計算される。得られた繊維の面間隔は 3.43 Å であった。処理温度から見て、処理時間が充分であったことが判った。

〔実施例 7〕

実施例 1 において、有効加熱帯域温度を 1500℃、容器の送込み・移送間隔を 10 分とした以外は、実施例 1 と全く同様にした。即ち、熱処理時間は 10 分、時間当たり処理量は 180g/H と計算される。得られた繊維の面間隔は 3.44 Å であった。処理温度から見て、処理時間が充分であったことが判った。

〔比較例 1～3〕

従来のバッチ式炉に試料の入った容器を入れ、炉内をアルゴンガスで置換し、加熱処理を行った。均熱部の最高温度を黒鉛化処理温度として、最高温度維持時間を処理時間とし、また、最高温度に達するまでの時間を昇温時間、最高温度から室温までの冷却に要した時間を降温時間として、それぞれ第 1 表に示した。容器は実施例と同一の容器であり、面間隔 3.48 Å の気相成長炭素繊維 30 g を充填した。計算された時間当たり処理量もそれぞれ第 1 表に示した。得られた繊維の面間隔をそれぞれ示した。処理温度と面間隔から見て、処理時間は充分であったが、昇温・降温に時間がかかるために、時間当たりの処理量が非常に少ないことが判った。

第 1 表

	比較例 1	比較例 2	比較例 3
黒鉛化処理温度 〔℃〕	2000	3000	2500
処理時間 〔min〕	20	30	25
昇温時間 〔min〕	120	180	145
降温時間 〔min〕	300	360	320
面間隔 〔Å〕	3.42	3.36	3.37
処理量 〔g/H〕	4.1	3.2	3.7

容器には 30g の VGCF を充填した。

〔発明の効果〕

本発明によれば、実質的に粉体の形状の気相成長炭素繊維を連続的に効率よく黒鉛化処理して所望の黒鉛化程度の黒鉛ウィスカーを安定して製造することができる。

【図面の簡単な説明】

第 1 図は、本発明により構成した連続黒鉛化処理装置の垂直方向要部断面図である。

10……中空柱状黒鉛製容器

12……搬入アーム

14……搬入シリンダ

16……弁用シリンダ

18……不活性ガス置換前室

20……ステッピングモータ

22……ガスバルブ

24……リニヤモータ

26……ゲートバルブ

28……ガスバルブ

30……ワーク固定用チャンバ

32……固定用支持体

34……黒鉛化処理室

36……有効加熱帯域

38……ガスバルブ

40……搬送チャンバ

42……ゲートバルブ

44……予備チャンバ

46……クランプ用シリンダ

48……ゲートバルブ

50……不活性ガス置換後室

52……ガスバルブ

54……弁用シリンダ

56……搬出シリンダ

58……搬出アーム

60……コンベヤ

62……回転盤

【第 1 図】

